

DIN EN ISO 18254-2

ICS 59.080.01

Einsprüche bis 2018-05-16

Entwurf**Textilien –****Verfahren zum Nachweis und zur Bestimmung von Alkylphenoethoxylaten (APEO) –****Teil 2: Verfahren unter Verwendung von NPLC (ISO/DIS 18254-2:2018); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 18254-2:2018****Textiles –**

Method for the detection and determination of alkylphenol ethoxylates (APEO) –

Part 2: Method using NPLC (ISO/DIS 18254-2:2018);

German and English version prEN ISO 18254-2:2018

Textiles –

Méthode de détection et de détermination des alkylphénols éthoxylés (APEO) –

Partie 2: Méthode utilisant la CLPN (ISO/DIS 18254-2:2018);

Version allemande et anglaise prEN ISO 18254-2:2018

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2018-03-16 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nmp@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP), 10772 Berlin, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 46 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 18254-2:2018) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 38 „Textiles“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 248 „Textilien und textile Erzeugnisse“ erarbeitet, dessen Sekretariat von BSI (Vereinigtes Königreich) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-05-12 AA „Textilchemische Prüfverfahren und Fasertrennung“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Der Text dieser Norm enthält neben den gesetzlichen Einheiten auch die Einheit „Torr“ bzw. mmHg, die in Deutschland nur im Medizinbereich zulässig ist. Es wird ausdrücklich darauf hingewiesen, dass die Anwendung dieser Einheit im nationalen amtlichen und geschäftlichen Verkehr aufgrund des Gesetzes über Einheiten im Messwesen nur bedingt zulässig ist. Die Angabe dieser Einheit dient lediglich als Hilfe im amtlichen und geschäftlichen Verkehr (z. B. bei Einfuhr und Ausfuhr) mit solchen Staaten, die diese Einheit anwenden.

Umrechnung:

1 Torr = (101 325/760) Pa = 1,333 224 mbar.

Diese Norm enthält neben den gesetzlichen Einheiten auch die Einheit „psi“, die in Deutschland nicht zugelassen ist. Es wird ausdrücklich darauf hingewiesen, dass die Anwendung dieser Einheit im nationalen amtlichen und geschäftlichen Verkehr aufgrund des Gesetzes über Einheiten im Messwesen nicht zulässig ist. Die Angabe dieser Einheit dient lediglich als Hilfe im amtlichen und geschäftlichen Verkehr (z. B. bei Einfuhr und Ausfuhr) mit solchen Staaten, die diese Einheit anwenden.

Umrechnung:

1 psi = 6 894,757 Pa = 0,068 947 57 bar

**Textilien — Verfahren zum Nachweis und zur Bestimmung von
Alkylphenoethoxylaten (APEO) — Teil 2: Verfahren unter Verwendung von
NPLC (ISO/DIS 18254-2:2018)**

Textiles — Méthode de détection et de détermination des alkylphénols éthoxylés (APEO) — Partie 2 : Méthode utilisant la CLPN (ISO/DIS 18254-2:2018)

Textiles — Method for the detection and determination of alkylphenol ethoxylates (APEO) — Part 2: Method using NPLC (ISO/DIS 18254-2:2018)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: parallele Umfrage
Dokumentsprache: D

STD Version 2.9d

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Kurzbeschreibung	7
3 Reagenzien	7
4 Prüfeinrichtung	8
4.1 Geräte und Hilfsmittel für die Probenvorbereitung	8
4.2 Chromatographie-Gerät	8
5 Durchführung	8
5.1 Herstellung des Standards	8
5.2 Mobile Phase bei HPLC	9
5.2.1 Methanol mit 0,1 % Ameisensäure und 0,01 % Ammoniumformiat	9
5.2.2 Acetonitril mit 0,1 % Ameisensäure	9
5.3 Probenvorbereitung	9
5.4 Probenextraktion	9
5.5 Probenanalyse	9
6 Berechnung und Kalibrierung	9
6.1 Berechnung des prozentualen Anteils jedes APEO-Kongeners in der Standardlösung	9
6.2 Berechnung der Konzentration jedes APEO-Kongeners in der Standardlösung	10
6.3 Berechnung der Konzentration jedes APEO-Kongeners in der Probe	10
6.4 Berechnung der Gesamtkonzentration aller APEO-Kongenere in der Probe	10
6.5 Kalibrierkurve	10
7 Prüfbericht	11
Anhang A (informativ) Beispiele für Chromatographiebedingungen	12
A.1 Vorbemerkung	12
A.2 Chromatographiebedingungen	12
A.2.1 Bedingungen für die Normalphasenflüssigkeitschromatographie	12
A.2.2 Detektorbedingungen	13
Anhang B (informativ) Beispiele für Festphasenextraktionsverfahren (SPE) zur Reinigung	19
B.1 Allgemeines	19
B.2 Verfahren bei Silica-Sorbens	19
B.3 Verfahren bei Divinylbenzol-Vinylpyrrolidon-Copolymer-Sorbens	19
Anhang C (informativ) Ergebnisse des Ringversuchs	20
Anhang D (informativ) Studie zum prozentualen Anteil (Molenbruch) der APEO-Kongenere	21
Literaturhinweise	23

Bilder

Bild A.1 — FLD-Chromatogramm von NPEO mit Gradientbedingung (1)	16
Bild A.2 — FLD-Chromatogramm von OPEO mit Gradientbedingung (1)	16
Bild A.3 — FLD-Chromatogramm von NPEO mit Gradientbedingung (2)	17
Bild A.4 — FLD-Chromatogramm von OPEO mit Gradientbedingung (2)	17
Bild A.5 — Überlagerung von FLD-Chromatogrammen von OPEO und NPEO mit Gradientbedingung (2)	18
Bild D.1 — Vergleich des prozentualen Anteils	22

Tabellen

Tabelle A.1 — Massen für die Quantifizierung von APEO in LC/MS	14
Tabelle A.2 — Massen für die Quantifizierung von APEO in LC/MS/MS	15
Tabelle C.1 — Statistische Daten des Ringversuchs (Probe mit hoher APEO Konzentration)	20
Tabelle C.2 — Statistische Daten des Ringversuchs (Probe mit geringer APEO Konzentration)	20
Tabelle D.1 — Gemittelte Ergebnisse des prozentualen Anteils (Molenbruch)	21

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 18254-2:2018) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 38 „Textiles“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 248 „Textilien und textile Erzeugnisse“ erarbeitet, dessen Sekretariat von BSI gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 18254-2:2018 wurde von CEN als prEN ISO 18254-2:2018 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von ISO Technischen Komitees durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Themen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Eine Erläuterung der Bedeutung ISO-spezifischer Benennungen und Ausdrücke, die sich auf Konformitätsbewertung beziehen, sowie Informationen über die Beachtung der Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) zu technischen Handelshemmnissen (TBT, en: Technical Barriers to Trade) durch ISO enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html

Das für dieses Dokument verantwortliche Komitee [oder Projektkomitee] ist ISO/TC [oder ISO/PC] ###, [Titel des Komitees], Unterkomitee SC ##, [Titel des Unterkomitees].

Diese zweite/dritte/... Ausgabe ersetzt die erste/zweite/... Ausgabe (ISO/IEC #####:#####), die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

— xxx xxxxxxxx xxx xxxxx

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe ISO ##### kann auf der ISO-Internetseite abgerufen werden.

Einleitung

Diese Norm legt das Normalphasenflüssigchromatographie-Trennverfahren (NPLC, en: Normal Phase Liquid Chromatography) zur quantitativen und qualitativen Analyse extrahierbarer Alkylphenolethoxylate (APEO) in Textilien und textilähnlichen Produkten fest. Das NPLC-Trennverfahren ermöglicht die Analyse von Alkylphenolethoxylaten mittels Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC, en: High Performance Liquid Chromatograph) mit Massenspektrometer (MS, en: Mass Spectrometer), Fluoreszenzdetektor (FLD, en: Fluorescence Detector), geladenem Aerosoldetektor (CAD, en: Charged Aerosol Detector) und Verdampfungs-Lichtstreuendetektor (ELSD, en: Evaporative Light Scattering Detector).

WARNUNG — Die Verwendung und Entsorgung dieser Substanzen muss unter strikter Einhaltung der entsprechenden nationalen Arbeitsschutzbestimmungen erfolgen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders, sichere und geeignete Techniken bei der Handhabung der Materialien in diesem Prüfverfahren anzuwenden. Bezüglich bestimmter Einzelheiten wie Materialsicherheit, Sicherheitsdatenblättern und sonstigen Empfehlungen sind die Hersteller zu konsultieren. Die gute Laborpraxis sollte eingehalten werden. In sämtlichen Laborbereichen müssen Schutzbrillen getragen werden.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 18254 legt das NPLC-Trennverfahren zur qualitativen und quantitativen Analyse von extrahierbaren Alkylphenolethoxylaten (APEO) in textilen Erzeugnissen fest.

Dieses Verfahren bietet verschiedene Geräteoptionen zur Bestimmung von extrahierbaren Alkylphenolethoxylaten (APEO), z. B. NP-LC/MS (Normalphasenflüssigkeitschromatograph mit Massenspektrometer), NP-LC/FLD (Normalphasenflüssigkeitschromatograph mit Fluoreszenzdetektor), NP-LC/CAD (Normalphasenflüssigkeitschromatograph mit geladenem Aerosoldetektor) und NP-LC/ELSD (Normalphasenflüssigkeitschromatograph mit Verdampfungs-Lichtstreuungsdetektor).

2 Kurzbeschreibung

Die Messprobe wird in kleine Stücke geschnitten, in ein Probenröhrchen überführt und mit Methanol im Ultraschallbad extrahiert. Der Extrakt wird filtriert und gesammelt. Der gesammelte Extrakt wird anschließend mittels NP-LC/MS, NP-LC/FLD, NP-LC/CAD oder NP-LC/ELSD analysiert.

3 Reagenzien

Sofern nicht anders festgelegt, sind Chemikalien anerkannter analytischer Reinheit zu verwenden.

3.1 Octylphenolethoxylate (Triton®¹⁾ X-100), (OPEOs) CAS-Nr. 9002-93-1, Sigma Aldrich® Teilnummer T9284 (siehe 3.2, Anmerkung).

3.2 Nonylphenolethoxylate (IGEPAL®²⁾ CO-630), (NPEOs) CAS-Nr. 68412-54-4, Sigma-Aldrich® Teilnummer 542334 (siehe Anmerkung).

ANMERKUNG Die in 3.1 und 3.2 genannten Markennamen werden angegeben, um die Vergleichbarkeit der Prüfergebnisse unter den Laboratorien zu verbessern. Die Verwendung einer anderen Charge oder eines anderen Lieferanten könnte zu unterschiedlichen Ergebnissen führen.

3.3 Methanol (CH₃OH, HPLC-Qualität).

3.4 Acetonitril (CH₃CN, HPLC-Qualität).

3.5 Aceton (C₃H₆O).

3.6 Ammoniumformiat (HCO₂NH₄, HPLC-Qualität).

3.7 Ameisensäure (HCOOH, HPLC-Qualität).

1) Triton® ist ein Beispiel für ein geeignetes handelsübliches Produkt. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieses Dokuments und bedeutet keine Anerkennung des genannten Produkts durch ISO.

2) IGEPAL® ist ein Beispiel für ein geeignetes handelsübliches Produkt. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieses Dokuments und bedeutet keine Anerkennung des genannten Produkts durch ISO.

4 Prüfeinrichtung

Vor der Benutzung wird die Glasware durch Spülen mit Aceton (4.5) gereinigt. Beim Reinigen der Laborgeräte sind Reinigungsmittel zu vermeiden.

4.1 Geräte und Hilfsmittel für die Probenvorbereitung

4.1.1 Übliche Laborausrüstung.

4.1.2 Analysenwaage mit einer Auflösung von 0,01 g (zur Vorbereitung der Messprobe).

4.1.3 Analysenwaage mit einer Auflösung von 0,001 g (zur Vorbereitung des Standards).

4.1.4 40-ml-Glasbehälter mit Schraubverschluss (zur Probenvorbereitung).

4.1.5 Ultraschallbad (auf (70 ± 5) °C einstellbar).

4.1.6 Einwegspritze und Membranfilter (mit einer Porengröße von höchstens 0,45 µm).

4.1.7 Röhrchen aus Glas (mit Septumkappe für HPLC).

4.1.8 Festphasenextraktions-Kartuschen (SPE, en: Solid-Phase-Extraction) zur Reinigung (wahlfrei).

Die Kartusche enthält mindestens 200 mg Sorbens (Phasenumkehr oder Silica).

4.1.9 Vakuum-Manifold für die Festphasenextraktion (SPE) (wahlfrei).

4.2 Chromatographie-Gerät

4.2.1 Hochleistungsflüssigchromatograph mit Massenspektrometer (LC/MS), oder

4.2.2 Hochleistungsflüssigchromatograph mit Fluoreszenzdetektor (LC/FLD), oder

4.2.3 Hochleistungsflüssigchromatograph mit aufgeladenem Aerosoldetektor (LC/CAD), oder

4.2.4 Hochleistungsflüssigchromatograph mit Verdampfungs-Lichtstreuendetektor (LC/ELSD).

4.2.4.1 C18-Kurzsäule zur Trennung von OPEO und NPEO.

Maße: 4,6 mm × 50 mm, Partikelgröße: 1,7 µm, gleichwertige Säule ist erhältlich.

4.2.4.2 Normalphasensäule zur Trennung jedes APEO-Kongeners anhand der Anzahl der Ethoxylat-Gruppen).

Wasserstoffbrücken-Adsorptionssäule, Maße: 4,6 mm × 150 mm, Partikelgröße: 3 µm, gleichwertige Säule ist erhältlich.

5 Durchführung

5.1 Herstellung des Standards

OPEO und NPEO werden mit der Analysenwaage (4.1.3) genau gewogen und in Methanol (3.3) zu Stammlösungen mit 1 000 mg/l gelöst. Es wird empfohlen, die Lösung im Dunkeln bei einer Temperatur unter 4 °C aufzubewahren.

5.2 Mobile Phase bei HPLC

5.2.1 Methanol mit 0,1 % Ameisensäure und 0,01 % Ammoniumformiat

0,1 g Ammoniumformiat (3.6) werden in 1 000 ml Methanol (3.3) gelöst und anschließend wird 1 ml Ameisensäure (3.7) hinzugefügt.

5.2.2 Acetonitril mit 0,1 % Ameisensäure

1 000 ml Acetonitril (3.4) wird 1 ml Ameisensäure (3.7) hinzugefügt.

5.3 Probenvorbereitung

Die Messprobe wird in Stücke von 5 mm × 5 mm geschnitten und die Stücke werden gleichmäßig gemischt. Etwa 1 g der Probe wird mit der Analysenwaage (4.1.2) auf 0,01 g gewogen und für die Extraktion in den 40-ml-Glasbehälter (4.1.4) gegeben.

5.4 Probenextraktion

In den Probenbehälter (5.3) werden 20 ml Methanol (3.3) gegeben und anschließend wird die Ultraschall-Extraktion im Ultraschallbad (4.1.5) bei 70 °C für 60 min durchgeführt. Der Extrakt ist danach auf Raumtemperatur abkühlen zu lassen, und mit der Einwegspritze mit Membranfilter (4.1.6) werden 1 ml bis 2 ml Extrakt in ein HPLC-Röhrchen (4.1.7) filtriert. Das HPLC-Röhrchen wird für die weitere Analyse sofort mit der Kappe verschlossen.

5.5 Probenanalyse

Die qualitative und quantitative Analyse von APEO erfolgt mittels LC/MS, LC/FLD, LC/CAD oder LC/ELSD.

Für die Quantifizierung müssen Kongenere mit 2 bis 16 Ethoxylat-Gruppen verwendet werden.

Wird das Ergebnis durch Matrix gestört, könnte ein zusätzliches Reinigungsverfahren mit der SPE-Kartusche angewendet werden; in Anhang C sind Beispiele für das SPE-Verfahren angegeben.

Leitfäden für geeignete Chromatographiebedingungen und Beispiele für Chromatogramme sind in Anhang A und Anhang B angegeben.

6 Berechnung und Kalibrierung

6.1 Berechnung des prozentualen Anteils jedes APEO-Kongenere in der Standardlösung

Es ist notwendig, das Zusammensetzungsverhältnis der APEO-Kongenere (von APEO 2 bis APEO 16) zu bestätigen, da die Zusammensetzung der Kongenere in der Standardmischung je nach Charge oder Marke des Standards variieren kann. Zur Berechnung der Zusammensetzung jedes Kongenere in der Standardmischung werden APEO-Reagenzien (3.1 und 3.2) verwendet. Von jedem Peak wird ein Chromatogramm erstellt und die Kongenere werden nach Anhang A identifiziert. Für jedes Kongener wird der prozentuale Anteil R nach Gleichung (1) berechnet.

$$R = \frac{A_{is}}{A_t} \times 100 \quad (1)$$

Dabei ist

R der prozentuale Anteil jedes APEO-Kongenere in der Standardlösung, in %;

A_{is} die Flächenantwort jedes APEO-Kongenere in der Standardlösung;

A_t die Gesamtsumme der APEO-Flächenantworten (von APEO 2 bis APEO 16) in der Standardlösung.

6.2 Berechnung der Konzentration jedes APEO-Kongeners in der Standardlösung

$$C_{is} = \frac{R}{100} \times C_s \quad (2)$$

Dabei ist

C_{is} die Konzentration jedes APEO-Kongeners in der Standardlösung, in mg/l;

R der prozentuale Anteil jedes APEO-Kongeners in der Standardlösung und berechnet nach Gleichung (1);

C_s die Konzentration der APEO-Standardlösung, in mg/l.

6.3 Berechnung der Konzentration jedes APEO-Kongeners in der Probe

$$X_i = \frac{A_i \times C_{is} \times V \times DF}{A_{is} \times M} \quad (3)$$

Dabei ist

X_i die Konzentration jedes APEO-Kongeners in der Probe, in mg/l;

C_{is} die Konzentration jedes APEO-Kongeners in der Standardlösung und berechnet nach Gleichung (2), in mg/l;

A_i die Flächenantwort jedes APEO-Kongeners in der Probenextraktlösung;

A_{is} die Flächenantwort jedes APEO-Kongeners in der Standardlösung;

V das Endvolumen der Extraktlösung, in ml;

M die Masse der Messprobe, in g;

DF der Verdünnungsfaktor.

6.4 Berechnung der Gesamtkonzentration aller APEO-Kongenere in der Probe

$$X_t = \sum X_i \quad (4)$$

Dabei ist

X_t die Konzentration jedes APEO-Kongeners in der Probe, in mg/kg;

X_i die Konzentration jedes APEO-Kongeners in der Probe und berechnet nach Gleichung (3), in mg/kg.

6.5 Kalibrierkurve

Einschließlich des zu bestimmenden Konzentrationsbereiches jedes APEO-Kongeners (von APEO 2 bis APEO 16) wird eine Kalibrierkurve erstellt. Kalibrierkurven werden mit mindestens drei Kalibrierpunkten erstellt.

ANMERKUNG Der Konzentrationsbereich der Kalibrierkurve unterliegt einer Veränderung hinsichtlich der Erfordernisse jedes Labors und der verwendeten Ausrüstung.

Die Kalibrierkurve muss zur Quantifizierung einen Korrelationskoeffizienten größer als 0,990 (R^2 größer als 0,995) haben.

7 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss folgende Angaben enthalten:

- a) eine Verweisung auf diesen Teil der Internationalen Norm, d. h. ISO 18254-2;
- b) Identifizierung der Probe und Datum der Analyse;
- c) Nachweisverfahren und Quantifizierungsverfahren und Namen aller verwendeten Normen (NPEO und OPEO);
- d) Ergebnis als Gesamtsumme jedes APEO-Kongeners (von EO 2 bis EO 16) von APEO (NPEO und OPEO werden einzeln angegeben);
- e) alle Abweichungen von dem festgelegten Verfahren und alle Umstände, die die Ergebnisse beeinflusst haben könnten.

Anhang A (informativ)

Beispiele für Chromatographiebedingungen

A.1 Vorbemerkung

Da die Ausrüstung der Laboratorien variieren kann, können für die chromatographischen Analysen keine allgemein gültigen Anweisungen gegeben werden. Die folgenden Parameter wurden erfolgreich erprobt und angewendet.

A.2 Chromatographiebedingungen

A.2.1 Bedingungen für die Normalphasenflüssigkeitschromatographie

Mobile Phase 1: Acetonitril mit 0,1 % Ameisensäure

Mobile Phase 2: Methanol mit 0,1 % Ameisensäure und 0,01 % Ammoniumformiat

Stationäre Phase: ZORBAX Eclipse plus C18® (1,8 µm); (50 × 4,6) mm plus SHARC 1 (3,0 µm); (150 × 4,6) mm

Flussrate: 0,6 ml/min (Gradient, siehe nachfolgend)

Injektionsvolumen: 5 µl (MS), 50 µl (FLD, CAD, ELSD)

Gradientbedingung (1) zur Trennung jedes APEO-Kongeners

Gradient:	Zeit	Mobile Phase 1	Flussrate
	min	%	ml/min
	0	98	0,6
	1	98	0,6
	15	51	0,6
	18	51	0,6
	19	20	0,6
	25	20	0,6